

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 01276052
PUBLICATION DATE : 06-11-89

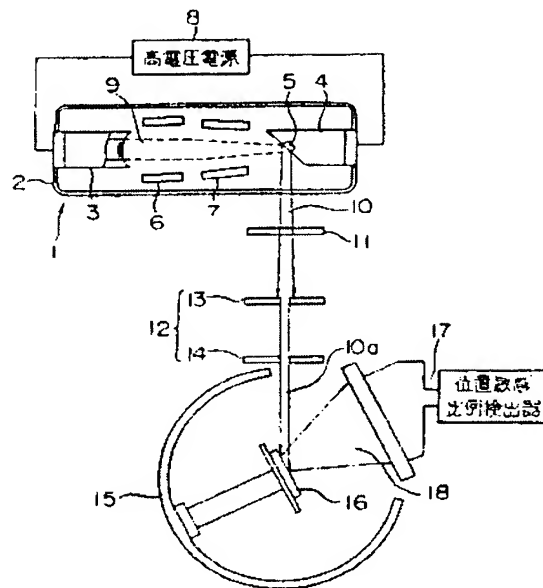
APPLICATION DATE : 28-04-88
APPLICATION NUMBER : 63105919

APPLICANT : TOSHIBA CORP;

INVENTOR : TANAKA SHUNICHIRO;

INT.CL. : G01N 23/207 G01L 1/00

TITLE : MEASURING METHOD FOR RESIDUAL
STRESS OF CERAMICS MEMBER



ABSTRACT : PURPOSE: To non-destructively and exactly measure the residual stress in a minute part by collimating X rays to a minute spot by a double pin hole and irradiating a ceramics member therewith.

CONSTITUTION: X rays 10 whose effective emission angle has been narrowed by a minute beam focus radiating from a prescribed position of an X-ray tube bulb 1 pass through a filter 11 and taken out as X rays of single wavelength. Subsequently, this X rays are collimated to a prescribed minute diameter spot by a collimator 12 having a double pin hole, and irradiates a ceramics member 16 which has been placed in the center position of a goniometer 15. Also, a position sensitive proportion detector 17 has a detecting part on a surface meter, and executes a measurement of intensity and an angle of diffraction, etc., of X rays which have been diffracted by the member 16.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平1-276052

⑥ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)11月6日

G 01 N 23/207
G 01 L 1/007807-2G
A-7409-2F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 セラミックス部材の残留応力測定方法

⑮ 特 願 昭63-105919

⑯ 出 願 昭63(1988)4月28日

⑰ 発 明 者 田 中 俊 一 郎 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8 株式会社東芝横浜事業
所内

⑱ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

⑲ 代 理 人 弁 理 士 須 山 佐 一

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックス部材の残留応力測定方法

2. 特許請求の範囲

(1) セラミックス部材、あるいはセラミックス部材と金属部材とを接合一体化してなるセラミックス接合体の残留応力を測定するにあたり、

微小ビーム焦点を有するX線管球から放出されたX線を、所定の間隔を有する二重ピンホールにより所定の微小スポットにコリメートし、この微小スポットのX線を前記セラミックス部材に照射し、得られる回折X線から残留応力を測定することを特徴とするセラミックス部材の残留応力測定方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

(産業上の利用分野)

この発明は、セラミックス部材の残留応力測定方法に係り、特にセラミックス部材と金属部材とを接合一体化したセラミックス接合体などの残

留応力が強度に大きく影響を与えるセラミックス部材の残留応力測定方法に関する。

(従来技術)

従来から、セラミックス部材の長所を生かし、かつ欠点を補うために、セラミックス部材と金属部材とを、セラミックス部材にメクライズ処理を施した後にろう接したり、またTiやZrなどの活性金属を添加して濡れ性を改善したろう材などにより加熱接合し、接合部材として利用するということがよく行われている。

このようなセラミックス-金属接合体において、金属部材として鋼材のようなセラミックス部材との熱膨脹係数の差が大きいものを使用する場合には、加熱接合後の冷却過程で接合界面にセラミックス部材と金属部材との熱膨脹差に起因する熱応力が発生する。この応力は接合部近傍のセラミックス部材に圧縮と引張の残留応力分布として存在するが、このうち引張成分としての最大主応力値がセラミックスの引張強度を超える時にセラミックス部材側に亀裂を生じさせ、接合体破壊の原因

となっている。また、破壊に至らなくともこの引張応力は、接合強度を低下させるという悪影響を及ぼす。

このように、熱膨脹差などに起因する残留応力は、セラミックス部材に対して重大な悪影響を及ぼすため、加熱接合後に接合体の信頼性を評価するための一手段として残留応力の測定は重要な手法である。

また、このような残留応力の測定は、セラミックス-金属接合体への適用に限らず、セラミックス部材の形状や焼結工程、加工工程などの製造過程によって生じる残留応力の測定も、セラミックス部材の評価方法として重要な手法である。

ところで、従来の残留応力の測定方法としては、歪ゲージによる測定や残留応力の大きさに比例して変化する結晶の格子面間隔(d値)をX線回折によって測定する方法などが知られている。また、被検体にピッカーズ圧子を押込んで、生じたクラックの大きさを圧痕の大きさとともに測定して、残留応力を求める、IF法(Indentation Prac-

ture法)などの破壊的検査方法も行われている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、上述した従来の各残留応力測定方法には、それぞれ下記のような欠点が存在していた。

たとえば、歪ゲージ法は破壊試験における応力測定のような、ある程度大きな応力測定には適しているが、微小応力や微小部分の残留応力測定には適していない。また、通常のX線回折による応力測定は、歪ゲージなどに比べて微小応力の測定も有効に行うことが可能であるが、現状のX線照射装置によって得られるX線照射面積は非常に広く(たとえば $2\text{mm} \times 20\text{mm}$ など)、平均値的な応力測定しかできず、微小部分における残留応力の測定は不可能である。たとえば、前述したセラミックス-金属接合体における残留応力の測定は、セラミックス部材の接合界面からの距離や接合界面方向の位置によって発生応力が異なることや接合界面近傍の接合体外周部付近に残留応力の最大主応力が作用することなどが知られていることから、

前述したようにX線照射面積が、たとえば $2\text{mm} \times 20\text{mm}$ というように大きいと、接合界面近傍の平均的な残留応力しか測定できず、各応力発生位置に対応した微小部分の残留応力の測定は行えていないのが現状である。

また、IF法は破壊的測定方法であるために、たとえば製品の全数検査などには適用できず、さらに圧子の大きさおよび発生クラックの大きさによって測定領域が決定され、上述の各方法と同様に微小部分の正確な測定は行えないという問題があった。

このように、従来の残留応力測定方法では、非破壊的に極微小部の残留応力を測定することができないという問題があった。これに対して、たとえば前述したようなセラミックス-金属接合体の接合界面近傍の各位置における残留応力の測定や、またクラックや異物などの各種欠陥によって生じる残留応力の測定など、微小部の残留応力を正確に測定することが、信頼性の確認や設計および製造工程への反映のために重要となっており、

このように微小部の残留応力を正確に測定する方法が強く求められている。

この発明は、このような従来技術の課題に対処するためになされたもので、たとえばセラミックス-金属接合体におけるセラミックス部材の微小部分における残留応力を、非破壊的にかつ正確に測定することを可能にしたセラミックス部材の残留応力測定方法を提供することを目的としている。

[発明の構成]

(課題を解決するための手段)

この発明は、セラミックス部材、あるいはセラミックス部材と金属部材とを接合一体化してなるセラミックス接合体の残留応力を測定するにあたり、微小ビーム焦点を有するX線管球から放出されたX線を、所定の間隔を有する二重ピンホールにより所定の微小スポットにコリメートし、この微小スポットのX線を前記セラミックス部材に照射し、得られる回折X線から残留応力を測定すること特徴としている。

(作用)

微小ビーム焦点を有するX線管球から放出されるX線は有効放出角度が狭く、このX線を所定の間隔を有する二重ピンホールによりコリメートすることによって、X線回折に必要な線量をあまり低下させることなく、微小スポット化することが可能になる。したがって、この微小スポット化されたX線をセラミックス部材に照射することにより、照射面積に対応した微小箇所の残留応力が測定できる。

(実施例)

次に、この発明の実施例について図面を参照して説明する。

第1図は、この発明の残留応力測定方法を用いた測定装置の一例を示す構成図である。

同図において1は回折用のX線源となるX線管球である。このX線管球1は、内部が高真空状態(たとえば 1×10^{-6} mmHg程度)にされた外囲器2内に、たとえばタングステンフィラメントなどからなる陰極3と、その表面に微小ターゲット(たとえば $0.5 \mu\text{m} \times 0.5 \mu\text{m}$) 5が設けられた陽極4と

が対向配置されて構成されている。

外部の高圧電源8から高電圧を印加することにより、陰極3から射出された電子ビーム9は、加速電極6などによって所定の速度に加速され、さらに偏向電極7などによって陽極4上の微小ターゲット5に集束するように偏向され、焦点が微小化されて微小ターゲット5に衝突し、この際の衝突エネルギーによって所望のX線が発生する。

また、ターゲット5の材質は、測定するセラミックス部材や測定深さに応じて適宜選択し、たとえば被検体としてSi₃N₄焼結体を用いて、表面近傍部の測定を行う際には、V-K α 、Cr-K α 、Sc-K α などが用いられる。

X線管球1の所定位置から照射された、微小ビーム焦点によって有効放出角度の狭められているX線10は、フィルタ11を通過して単波長のX線として取出される。このフィルタ11を通過した単波長のX線は、二重ピンホールを有するコリメータ12によって所定の微小径スポットにコリメートされ、ゴニオメータ15の中心位置に配置

された被検体、すなわちセラミックス部材16に照射される。

このコリメータ12は、所定の開口径を有するピンホール13および14が同軸上に配置されるように、所定の間隔を設けて設置されている。

そして、このピンホール13および14の開口径と間隔とによって、たとえば直径 $0.15 \mu\text{m}$ 程度までX線をコリメートすることが可能である。

また、ゴニオメータ15の外周部には、被検体であるセラミックス部材16によって回折された回折X線の強度および回折角などの測定を行うX線検出器、たとえば位置敏感比例検出器(PSPC) 17が配置されている。

この位置敏感比例検出器17は、面計上の検出部を有し、回折X線の回折角および強度などを、検出器を走査させることなく迅速に測定可能にしたものである。

このように、微小ビーム焦点を有するX線管球1を使用することによって、放出されるX線の有効角度が決まり、このX線を二重ピンホール13、

14によってコリメートすることにより、X線の線量をあまり低下させることなく、微小部分の測定を可能にする微小スポットのX線が得られる。

上記構成の残留応力測定装置では、以下のようにして残留応力が測定される。

セラミックス部材内に生じた残留応力は、この応力の大きさに比例して結晶の格子面間隔(d値)を変化させる。生じた残留応力が引張り応力の場合、応力と平行方向の面間隔d値は小さくなり、応力に直角方向の面間隔d値は大きくなる。また圧縮応力の場合にはその逆になる。

そして、微小ビーム焦点を有するX線管球1から有効ビーム角度の狭い状態で放出され、コリメータ12によって微小領域化されたX線10aを被検体、すなわちセラミックス部材16に照射し、回折X線18の回折角度および強度などを位置敏感比例検出器17によって測定する。

ここで、第2図(a)、(b)、(c)に示すように、被検体測定面法線Nと格子面法線N'とのなす角度 ϕ を代えて、その回折X線の回折角

度 (2θ) の変化を調べると、次式によって残留応力・ σ が求まる。

$$\sigma = - \frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot \theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\partial (2\theta)}{\partial (\sin^2 \phi)}$$

$$= K \cdot \frac{\partial (2\theta)}{\partial (\sin^2 \phi)}$$

(式中、 σ は応力 (kg/cm²)、 E はヤング率 (kg/cm²)、 ν はポアソン比、 θ_0 は標準ブラッグ角を示す。)

ここで、 K は材料および測定波長によって決まる定数である。そして、測定値 (ϕ と 2θ) から第3図に示すように 2θ と $\sin^2 \phi$ とのグラフを作成し、たとえば最小二乗法によって勾配を求め、 K を乗ずれば、残留応力・ σ は一義的に求まる。

この実施例の残留応力測定方法によれば、測定用 X 線の照射面積を必要に応じて最小直径 0.15 mm 程度まで正確にコリメートしているのので、微小部分の残留応力を高精度に測定することが可能となる。

次に、上記構成の残留応力測定装置によって、以下の手順により作成したセラミックス-金属接

合体の加熱接合直後および所定形状の試験片の大きさに研削加工後について、それぞれ残留応力を測定した。

第4図に示すように、窒化ケイ素を主成分とする 12mm×12mm×20mm の 2 個のセラミックス部材 21 の間に、鋼材 (S45C) からなる 12mm×12mm×3mm の金属部材 22 を介在させ、さらにセラミックス部材 21 と金属部材 22 とのそれぞれの間に延性金属として銅からなる 12mm×12mm×0.2mm の応力緩衝層 23 を介在させ、それぞれの接合すべき面の間に 60μm の Ag-Cu 箔と 3μm の Ti 箔とをろう材 24 として挿入し、この積層物を真空中、約 830℃、6 分間の条件で加熱接合し室温まで冷却してセラミックス-金属接合体 25 を得た。次いで、このセラミックス-金属接合体 25 を 3mm×4mm×40mm の試験片形状 26 に加工した。

まず、加熱接合直後のセラミックス-金属接合体 25 について残留応力の測定を行った。測定条件は、以下の通りである。

ターゲット 5 として Cr を、また Ti フィルタを用

い、40kV、35mA の条件で Cr-K α 線を得た。また、コリメータ 12 は、開口径 0.3mm の主コリメータおよび間隔 60mm 離して同口径の副コリメータを配置した二重ピンホール型のものを使用し、X 線照射面積を直径 0.35mm に設定した。測定は、

$2\theta_0 = 131.47 \text{ deg}(212)$ の回折線を用い、接合界面近傍の所定の間隔を設けた 2 箇所で、軸方向および界面方向に残留応力を求めた。

第5図および第6図に、上記測定結果から求めた $2\theta - \sin^2 (\phi)$ のグラフおよび応力値を示す。

次に、加工後の試験片形状 26 のセラミックス-金属接合体について残留応力を測定した。測定位置は、ほぼ中心部において中心軸方向に所定の間隔を開けて数箇所と、接合界面から 0.2mm の距離を開けて界面方向に所定の間隔を設けて数箇所とした。第8図および第9図に測定結果を示す。

これらそれぞれの測定において、直径 0.35mm の微小領域における残留応力を高精度に測定することができた。

また、これらの測定結果から以下のことが解明された。

すなわち、接合直後のセラミックス部材 21 の界面近傍付近には、界面方向および軸方向ともに大きな引張応力が残留しているおり、最大 25kg/cm² にもなるが、セラミックス部材の材料強度を超えないため接合体の破壊には至らない。

また、研削加工によって残留応力は解放されるとともに形態 (応力の種類、分布) も変化することが判明した。界面近傍の残留応力は、軸方向には引張り成分であるが、接合界面方向には圧縮成分が残留する。

これら測定結果の考察からも、この発明の残留応力測定方法が、セラミックス部材の評価方法として非常に有効な手段で有ることが明らかである。

【発明の効果】

以上説明したように、この発明のセラミックス部材の残留応力測定方法によれば、微小部分の残留応力を高精度に測定することが可能となる。したがって、セラミックス部材の製造過程など、様

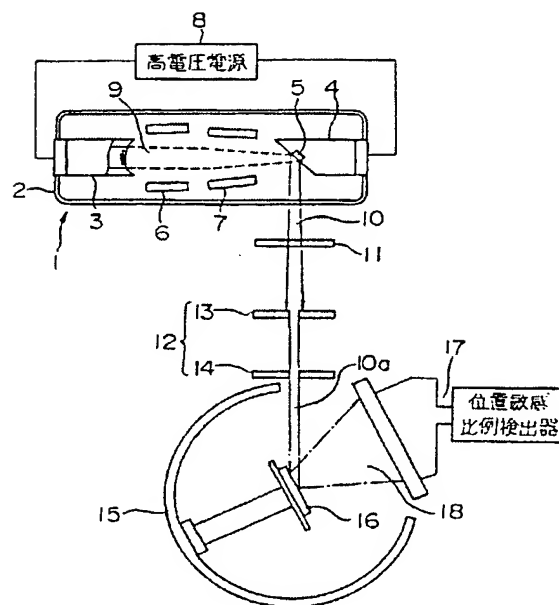
々な要因によって残留する応力を精細に測定し、
確実な評価が可能となる。

4. 図面の簡単な説明

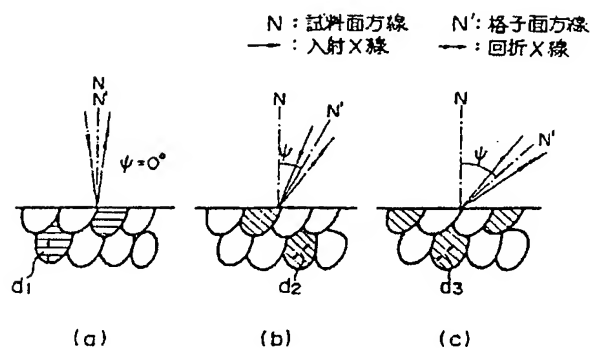
第1図はこの発明の一実施例の残留応力測定装置の構成を示す図、第2図および第3図はX線による残留応力の測定原理を示す図、第4図は一実施例において測定対象としたセラミックス-金属接合体を示す図、第5図、第6図、第7図および第8図はその測定結果のグラフを示す図である。

- 1 …… X線管球
- 3 …… 陰極
- 4 …… 陽極
- 5 …… ターゲット
- 9 …… 電子ビーム
- 10 …… X線
- 12 …… 二重ピンホールを有する
コリメータ
- 18 …… 回折X線

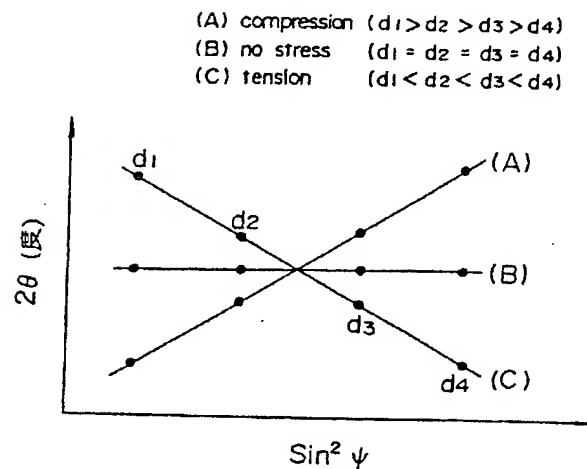
出願人 株式会社 東芝
代理人 弁理士 須山 佐一



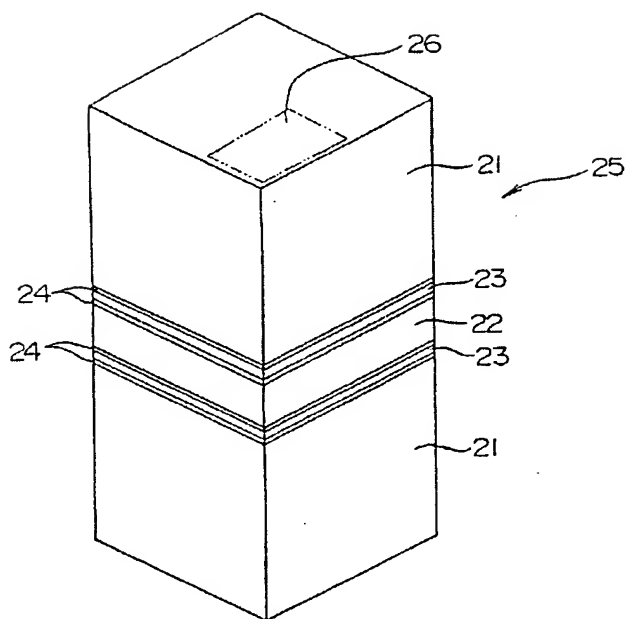
第1図



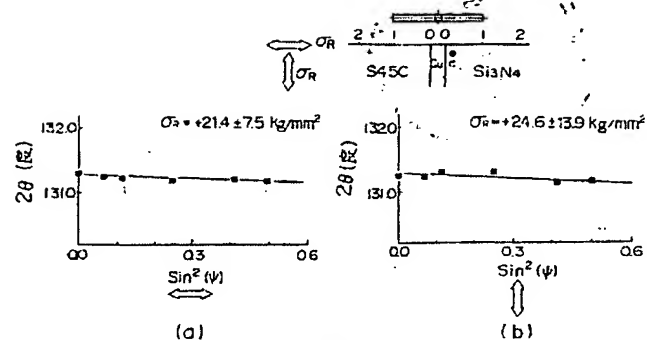
第2図



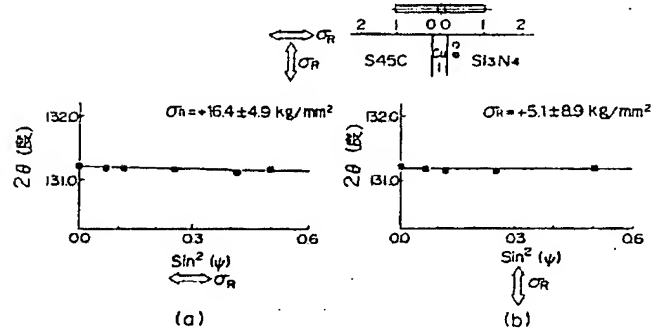
第3図



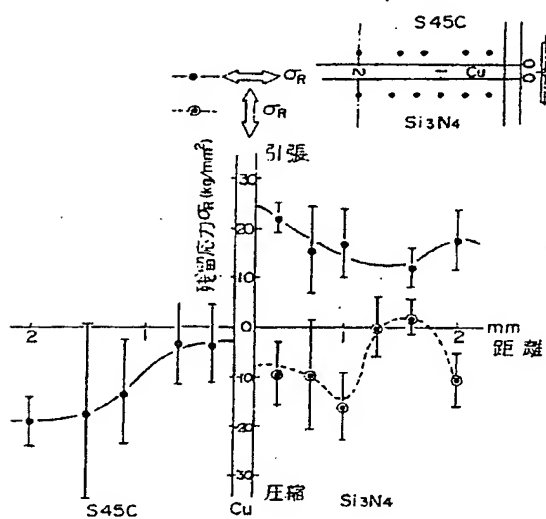
第4図



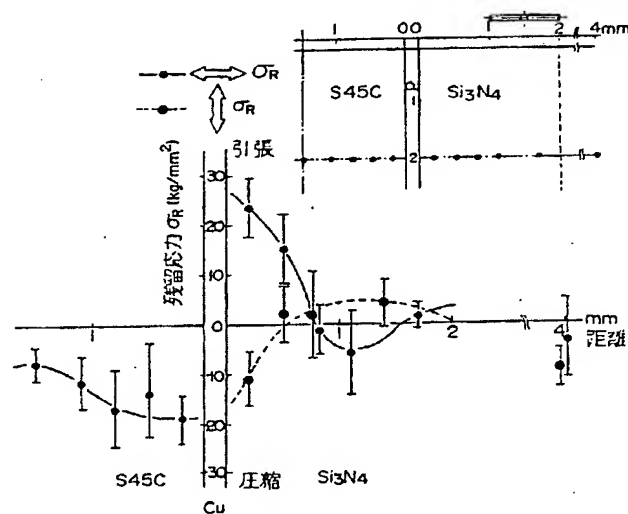
第5図



第6図



第7図



第8図